

Improvement to the process and device for metal deposition on a sample

Publication number: FR2623524

Publication date: 1989-05-26

Inventor:

Applicant: LAMI PHILIPPE (FR)

Classification:

- international: C23C16/455; C23C16/44; C23C16/455; C23C16/44;
(IPC1-7): C23C16/04

- European: C23C16/455

Application number: FR19870016114 19871120

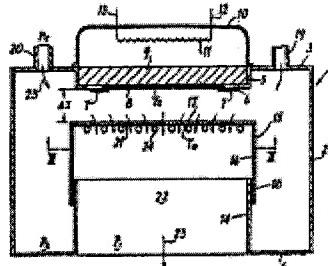
Priority number(s): FR19870016114 19871120

[Report a data error here](#)

Abstract of FR2623524

Process for depositing a metal by a chemical reaction of a vapour phase with the surface of a sample forming a substrate, consisting, in a reactor containing a support for the sample on which a metal deposition is to be produced and comprising means for permitting the entry of a gaseous reactant medium and means for removing the residual reaction products via a tubular member whose diameter is at least equal to that of the sample and arranged opposite. According to the invention this process is characterised in that it consists in passing the gas stream through a perforated sheet 17 arranged at a given but variable distance from the sample 8, in parallel to the plane of the latter and in ensuring the cooling of the sheet so that, if T is the temperature of the gas phase and Z the distance separating the sheet from the sample, the temperature gradient is continuously maintained such that: $\Delta T / \Delta Z \geq 150 \text{ K cm}^{-1}$ for a sample temperature $T_s \geq 700 \text{ K}$ and a sheet temperature $T_0 \leq 300 \text{ K}$.

$$\frac{\Delta T}{\Delta Z} > 150 \text{ K cm}^{-1}$$



(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

**INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE**

PARIS

11) N° de publication :

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

2 623 524

(21) N° d'enregistrement national :

87 16114

(51) Int Cl⁴ : C 23 C 16/04.

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 20 novembre 1987.

⑦1 Demandeur(s) : *Philippe LAMI* - FR.

30 Priorité :

(72) Inventeur(s) : Philippe Lami.

(43) Date de la mise à disposition du public de la demande : BOPI « Brevets » n° 21 du 26 mai 1989.

60 Références à d'autres documents nationaux appartenés :

73 Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : Cabinet Armengaud Aîné.

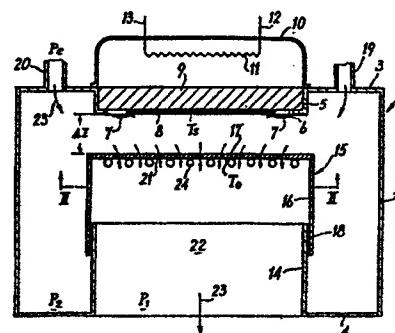
54) Perfectionnement au procédé et au dispositif de dépôt métallique sur un échantillon.

57 Procédé pour le dépôt d'un métal par réaction chimique d'une phase vapeur avec la surface d'un échantillon formant substrat, consistant, dans un réacteur contenant un support pour l'échantillon sur lequel doit être effectué un dépôt métallique et comportant des moyens d'admission d'un milieu réactif gazeux et des moyens d'évacuation des produits résiduels de la réaction par un élément tubulaire dont le diamètre est au moins égal à celui de l'échantillon et disposé en regard.

ment égale à celle de l'échantillon et dispose en regard
Selon l'invention, ce procédé se caractérise en ce qu'il
consiste à faire traverser par le flux gazeux une plaque ajourée
17, disposée à distance donnée mais variable de l'échantillon
8, parallèlement au plan de celui-ci et à assurer le refroidisse-
ment de la plaque de telle sorte que, si T est la température
de la phase gazeuse et Z la distance qui sépare la plaque de
l'échantillon, le gradient thermique soit en permanence main-
tenu tel que :

$$\frac{\Delta T}{\Delta z} \geq 150 \text{ K. cm}^{-1}$$

pour une température de l'échantillon $T_s \geq 700$ K et une température de la plaque $T_0 \leq 300$ K.



ER 2623524 - A1

La présente invention a pour objet des perfectionnements apportés au procédé pour réaliser un dépôt sur un substrat par réaction chimique d'une phase vapeur avec la surface de ce substrat, en particulier dans l'application de ce procédé, connu sous le terme de CVD, (tiré de l'expression anglo-saxonne Chemical Vapor Deposition) pour la fabrication de circuits intégrés, en vue d'assurer les interconnexions électriques entre les éléments actifs ou passifs dans une couche ou dans des couches distinctes superposées, par remplissage des passages ou vias prévus à cet effet dans la structure de ces couches. L'invention concerne également un dispositif pour la mise en œuvre de ces perfectionnements.

Le procédé de dépôt "CVD" sur un substrat de matériaux réfractaires, notamment de tungstène, est bien connu dans la technique, en particulier pour réaliser les niveaux d'interconnexion entre les couches d'un circuit intégré, obtenues par la mise en œuvre d'une série de masques successifs. Toutefois, les techniques classiques rencontrent des problèmes lorsque la technologie des circuits réalisés atteint un seuil submicronique entre les conducteurs. Ainsi, un dépôt de tungstène métallique, résultant de la réduction, dans un réacteur à parois froides, d'hexafluore de tungstène par de l'hydrogène selon le processus habituel dans ce genre de procédé, se heurte pour le maintien d'une efficacité satisfaisante, à des difficultés qui tiennent moins à l'écoulement hydrodynamique du flux gazeux dans la chambre de réaction qu'aux effets du gradient thermique créé dans la phase gazeuse au voisinage de l'échantillon sur lequel doit être effectué ce dépôt.

On sait que ces deux paramètres -écoulement hydrodynamique et gradient thermique- dépendent de nombreux facteurs tels que la géométrie de la chambre de réaction, la température des parois, le débit, la pression partielle et la nature du milieu gazeux à l'entrée et à la sortie dans le réacteur etc... On sait également que, en ce qui concerne l'écoulement hydrodynamique du flux gazeux, on a déjà défini des compromis acceptables, caractérisant des conditions de mise en œuvre relativement satisfaisantes. En revanche, en relation avec le gradient thermique dans le réacteur au voisinage de l'échantillon, les solutions actuelles ne permettent pas ou ne permettent que très difficilement de contrôler et de régler ce gradient, ce qui entraîne des conséquences dommageables pour diverses applications, tout spécialement lors de la fabrication de circuits intégrés à haute ou très haute intégration.

Plus particulièrement encore, on a constaté que la vitesse d'évacuation des produits gazeux de la réaction mise en jeu a une incidence directe sur le remplissage des vias par dépôt sélectif du tungstène, de même que la vitesse de croissance de la couche dépend de la pression partielle de ces produits, les variations de celle-ci entraînant au fur et à mesure du dépôt un défaut d'homogénéité dans son épaisseur. En revanche, on a remarqué qu'un fort gradient thermique dans la phase gazeuse au voisinage de la surface de l'échantillon recevant le dépôt, accélère l'évacuation de ces produits, ce qui permet de minimiser les effets de leur vitesse mentionnés ci-dessus, notamment en relation avec la perte de sélectivité et le caractère hétérogène du dépôt réalisé.

La présente invention a pour objet des perfectionnements apportés au procédé de dépôt CVD en phase gazeuse d'un métal sur un échantillon formant substrat, tel que rappelé ci-dessus, qui permettent d'assurer une maîtrise améliorée du gradient thermique au voisinage immédiat de la surface de l'échantillon, en autorisant en conséquence une meilleure sélectivité du dépôt et une homogénéité de celui-ci largement accrue.

A cet effet, le procédé considéré, consistant, dans un réacteur contenant un support pour un échantillon sur lequel doit être effectué un dépôt métallique et comportant des moyens d'admission d'un milieu réactif gazeux et des moyens d'évacuation des produits résiduels de la réaction par un élément tubulaire dont le diamètre est au moins égal à celui de l'échantillon et disposé en regard, se caractérise en ce qu'il consiste à faire traverser par le flux gazeux une plaque ajourée disposée à distance donnée mais variable de l'échantillon, parallèlement au plan de celui-ci et à assurer le refroidissement de la plaque de telle sorte que si T est la température de la phase gazeuse et Z la distance qui sépare la plaque de l'échantillon, le gradient thermique soit en permanence maintenu tel que

$$\frac{\Delta T}{\Delta Z} > 150 \text{ K. cm}^{-1}$$

pour une température de l'échantillon $T > 700 \text{ K}$ et une température de la plaque $T_0 \leq 300 \text{ K}$.

L'invention concerne également un dispositif pour la mise en œuvre du procédé, comportant une enceinte sensiblement cylindrique fermée par un fond muni d'un organe de support de l'échantillon à l'intérieur de l'enceinte, parallèlement au fond, des moyens de chauffage de l'échantillon dans l'enceinte, des moyens d'admission des composants d'un milieu gazeux réagissant entre eux dans l'enceinte pour former le métal à déposer sur l'échantillon, et un élément tubulaire pour l'évacuation des produits résiduels de la réaction, dont le

5 diamètre est au moins égal à celui de l'échantillon disposé en regard, caractérisé en ce que l'enceinte comporte, montée entre l'élément tubulaire et l'échantillon, une plaque plane ajourée, traversée par le milieu gazeux avant évacuation par l'élément tubulaire, cette plaque étant refroidie et agencée de telle sorte que sa position par rapport à l'échantillon soit réglable à l'intérieur de l'enceinte.

Selon une caractéristique particulière de l'invention, la plaque ajourée comporte une pluralité de trous identiques, répartis à intervalles réguliers dans la plaque selon une spirale dont l'origine est au centre de la plaque.

10 Avantageusement et selon une autre caractéristique également, l'échantillon et la plaque ajourée s'étendant parallèlement à celui-ci, sont disposés horizontalement, l'élément d'évacuation étant placé verticalement en regard.

15 De préférence, la plaque ajourée comporte, fixé sous cette plaque à l'opposé de sa face qui regarde l'échantillon, un conduit de refroidissement, parcouru par un débit d'un fluide à température appropriée, notamment de l'eau. De préférence également, le conduit de refroidissement est soudé sous la plaque et forme une spirale de même profil que celle selon laquelle sont répartis les trous ménagés dans la plaque, les deux spirales étant parallèles l'une à l'autre.

20 Selon encore une autre caractéristique du dispositif selon l'invention, la plaque ajourée comporte une collarette tubulaire latérale, en retour vertical vers le bas, coiffant l'extrémité de l'élément tubulaire d'évacuation et montée télescopiquement sur celui-ci, avec interposition de moyens maintenant l'étanchéité de l'enceinte.

25 D'autres caractéristiques de l'invention apparaîtront encore à travers la description qui suit d'un exemple de réalisation du dispositif considéré, donné à titre indicatif et non limitatif, en référence au dessin annexé sur lequel :

30 - la figure 1 est une vue en coupe schématique par un plan vertical d'une enceinte de réaction, munie d'une plaque de refroidissement ajourée établie selon l'invention.

- la figure 2 est une vue en coupe transversale partielle selon la ligne II-II de la figure 1.

35 Sur cette figure, la référence 1 désigne une enceinte de réaction, notamment du genre enceinte à parois froides, comportant une cloison latérale 2 de forme générale cylindrique, fermée par un fond supérieur 3 et un fond inférieur 4 s'étendant parallèlement l'un à l'autre, l'axe de l'enceinte étant de

préférence vertical. Le fond supérieur 3 comporte, dans sa partie centrale, une colllerette 5 dirigée vers l'intérieur de l'enceinte et terminée par un rebord horizontal 6, muni d'organes de fixation 7 pour un échantillon 8 sur lequel on souhaite effectuer un dépôt métallique sélectif. L'échantillon 8 est disposé dans la partie centrale ouverte du rebord 6, en fermant ainsi l'enceinte. Il est par ailleurs appliqué sur un substrat 9, lui-même monté l'intérieur de la colllerette 5.

Le fond 3 de l'enceinte comporte, à l'extérieur de celle-ci, une cloche 10, dirigée vers la face du substrat 9 opposée à celle sur laquelle s'applique l'échantillon 8 et contient un moyen de chauffage 11, notamment constitué par des résistances électriques, réunies par des conducteurs respectivement 12 et 13 à une source de tension (non représentée). Le moyen de chauffage 11 permet ainsi de chauffer par rayonnement et convection le substrat 9 et l'échantillon 8 qu'il supporte.

Le fond inférieur 4 de l'enceinte se prolonge par un élément tubulaire 14, co-axial à la cloison 2 et ouvert à son extrémité supérieure, cet élément tubulaire étant recouvert d'une coiffe 15, constituée d'une colllerette latérale 16 entourant, avec un espace minimal, l'élément tubulaire 14 et d'une plaque supérieure 17, ajourée, s'étendant horizontalement, donc parallèlement à l'échantillon 8. Par construction, le diamètre de l'élément tubulaire 14 est choisi de telle sorte qu'il soit au moins égal à la dimension diamétrale de l'échantillon 8 situé en regard. Des moyens d'étanchéité (non représentés) sont logés dans le jeu 18 entre la colllerette 16 et la surface extérieure de l'élément tubulaire 14, pour assurer la continuité de l'étanchéité de l'enceinte 1, quelle que soit la position relative à la plaque 17 par rapport à l'échantillon, dont la distance à celui-ci peut être ajustée à l'intérieur de l'enceinte par des moyens de commande dont le détail de la réalisation importe peu à l'invention, mais qui pourraient être pneumatiques, électriques, magnétiques ou autres.

L'enceinte 1 comporte par ailleurs, de préférence dans son fond supérieur 3, de part et d'autre de la cloche centrale 10, deux conduits, respectivement 19 et 20, propres à amener à l'intérieur de l'enceinte un milieu gazeux réactif, à pression et température déterminées.

Selon l'invention, la plaque horizontale 17 est ajourée et comporte à cet effet une pluralité de trous 21, permettant aux produits résiduels de la réaction réalisée dans l'enceinte, provoquant le dépôt souhaité sur l'échantillon 8 d'un métal réfractaire déterminé, de traverser la plaque 17 et de s'évacuer par

l'élément tubulaire 14 dans la région interne 22 de celui-ci, le trajet du gaz depuis l'entrée dans l'enceinte 1 jusqu'à la sortie étant schématisé par les flèches 23.

Selon l'invention également, la plaque 17 est en permanence refroidie à une température donnée, sensiblement inférieure à celle qui règne dans l'enceinte, notamment au voisinage de l'échantillon 8. Dans ce but, on dispose sous la plaque 17 un conduit 24, de préférence fixé par soudure contre cette plaque, ce conduit étant continu et disposé entre les trous de passage 21. Il est parcouru par une circulation d'un milieu réfrigérant, par exemple de l'eau, amenée à une extrémité du conduit et évacuée à l'autre par des moyens non représentés, avec contrôle du débit et de la température par tout moyen conventionnel.

De préférence, les trous 21 ménagés dans la plaque ajourée 17 sont répartis dans celle-ci à intervalles réguliers et plus particulièrement selon une spirale 25 (figure 2) d'équation

$$(1) \rho = a \alpha$$

où, dans un mode de réalisation préféré, a est égal à 10 mm tandis que la longueur l de la spirale satisfait à la relation

$$(2) l = a \int_{\pi}^{12\pi} x dx.$$

La longueur de la spirale est ainsi sensiblement égale à 1100 mm.

Avantageusement et dans ce même mode de réalisation, le nombre des trous dans la plaque 17 est choisi égal à n , compris entre

$$(3) 90 < n < 110$$

Dans ces conditions, pour un nombre de ces trous égal à 110, la distance entre deux trous sur la spirale 25 sera égale à 10 mm.

De préférence également, le conduit de refroidissement 24 est réalisé sous la forme d'une autre spirale 26, soudée sous la face correspondante de la plaque 17, cette spirale 26 étant décalée vis-à-vis de la spirale 25 d'une distance égale à $\frac{a}{2}$. Toujours dans le mode de réalisation représenté, l'épaisseur de la plaque 17 est choisie égale à e , satisfaisant à la relation

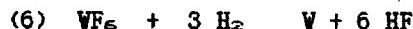
$$(4) 1,5 < e < 2,5 \text{ mm}$$

tandis que le diamètre des trous 21 dans la plaque est défini par \emptyset tel que

$$(5) 2 < \emptyset < 3 \text{ mm}$$

L'enceinte ainsi réalisée est notamment utilisée pour réaliser un dépôt sélectif de tungstène dans les vias de l'échantillon, en particulier lorsque celui-ci est un circuit intégré. A cet effet, le milieu gazeux introduit dans l'enceinte est

constitué par un mélange d'hydrogène et d'hexafluorure de tungstène, dont la réaction dans l'enceinte s'écrit



Le débit du mélange gazeux g à l'entrée dans l'enceinte, mesuré dans des conditions normales, notamment sous une pression à l'entrée P_e de 1 atm et une température de 300° K étant compris dans les limites de

$$(7) 500 \leq g \leq 1000 \text{ cm}^3 \text{ mm}^{-1}$$

Le tube 24 du circuit de refroidissement de la plaque 17 est généralement constitué par un tube d'acier ou autre matériau, bon conducteur de la chaleur, présentant ici un diamètre d tel que

$$(8) 4 \leq d \leq 5 \text{ mm}$$

Enfin pour un échantillon 8 se présentant sous la forme d'une rondelle où le diamètre D est égal à

$$(9) D = 125 \text{ mm}$$

on aménagera l'enceinte 1 de telle sorte que le conduit 14 présente à son tour un diamètre au moins égal à D, la plaque 17 étant réalisée comme dit ci-dessus.

Les pressions P₁ et P₂ respectivement et à l'intérieur de l'enceinte correspondent aux relations ci-après, exprimées en millitorr

$$(10) 200 \leq P_2 \leq 500 \text{ mt}$$

$$(11) 5 \leq P_1 \leq 20 \text{ mt}$$

Dès lors, si T_s est la température de l'échantillon telle que

$$(12) 650 \leq T_s \leq 850 \text{ K}$$

et que T₀ est la température de la plaque ajourée 17 telle que

$$(13) 295 \leq T_0 \leq 305 \text{ K}$$

on déterminera la distance de telle sorte qu'elle réponde à l'équation

$$(14) 15 \leq \Delta z \leq 45 \text{ mm}$$

en ajustant la distance entre la plaque ajourée 17 et la surface en regard de l'échantillon 8, pour satisfaire à l'équation caractéristique de l'invention, à savoir :

$$(15) \frac{\Delta T}{\Delta z} \geq 150 \text{ K. cm}^{-1}$$

Dans ces conditions, on a constaté qu'il devenait possible d'agir efficacement sur le gradient thermique créé dans la phase gazeuse au voisinage de l'échantillon, en apportant les avantages déjà précisés en ce qui concerne le dépôt de tungstène dans les vias de l'échantillon, notamment en relation avec la sélectivité de ce dépôt et son homogénéité qui peuvent être aisément contrôlées et ajustées tout au long de l'opération.

Le dispositif selon l'invention peut ainsi être comparé, toutes choses égales par ailleurs, à une triode électronique où la "cathode" serait constituée par la surface de l'échantillon, la "grille" par la plaque ajourée et "l'anode" par l'élément d'évacuation réuni à un groupe de pompage approprié. La température de la plaque ajourée permet notamment de jouer sur le gradient de températures donc la vitesse d'extraction des produits de la réaction chimique dans l'enceinte, d'une façon analogue à la grille d'une triode qui contrôle le débit d'électrons et le gradient de potentiel entre la cathode et la grille.

Bien entendu, il va de soi que l'invention ne se limite pas à l'exemple décrit et représenté, donné seulement à titre indicatif. En particulier, il doit être considéré, que la structure de l'enceinte, les moyens d'introduction et d'évacuation du milieu réactif gazeux, les organes de commande de la position de la plaque ajourée pour ajuster la distance à l'échantillon, le contrôle et la régulation de la température de la plaque par thermocouple ou autre, la forme du substrat et de son support dans l'enceinte, ainsi que les moyens de chauffage associés à celle-ci, pourraient subir de nombreuses variantes sans sortir du cadre de l'invention, qui couvre au contraire toutes les réalisations équivalentes.

REVENDICATIONS

1 - Procédé pour le dépôt d'un métal par réaction chimique d'une phase vapeur avec la surface d'un métal sur un échantillon formant substrat, consistant, dans un réacteur contenant un support pour un échantillon sur lequel doit être effectué un dépôt métallique et comportant des moyens d'admission d'un milieu réactif gazeux et des moyens d'évacuation des produits résiduels de la réaction par un élément tubulaire dont le diamètre est au moins égal à celui de l'échantillon et disposé en regard, caractérisé en ce qu'il consiste à faire traverser par le flux gazeux une plaque ajourée (17), disposée à distance donnée mais variable de l'échantillon (8), parallèlement au plan de celui-ci et à assurer le refroidissement de la plaque de telle sorte que, si T est la température de la phase gazeuse et Z la distance qui sépare la plaque de l'échantillon, le gradient thermique soit en permanence maintenu tel que

$$\frac{\Delta T}{\Delta Z} > 150 \text{ K. cm}^{-1}$$

pour une température de l'échantillon $T_s > 700 \text{ K}$ et une température de la plaque $T_0 < 300 \text{ K}$.

2 - Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1, comportant une enceinte sensiblement cylindrique (1) fermée par un fond (3) muni d'un organe (9) de support de l'échantillon à l'intérieur de l'enceinte, parallèlement au fond, des moyens de chauffage (11) de l'échantillon dans l'enceinte, des moyens d'admission (19-20) des composants d'un milieu gazeux réagissant entre eux dans l'enceinte pour former le métal à déposer sur l'échantillon, et un élément tubulaire (14) pour l'évacuation des produits résiduels de la réaction, dont le diamètre est au moins égal à celui de l'échantillon disposé en regard, caractérisé en ce que l'enceinte comporte, montée entre l'élément tubulaire et l'échantillon, une plaque plane ajourée (17), traversée par le milieu gazeux avant évacuation par l'élément tubulaire, cette plaque étant refroidie et agencée de telle sorte que sa position par rapport à l'échantillon, soit réglable à l'intérieur de l'enceinte (1).

3 - Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que la plaque ajourée (17) comporte une pluralité de trous identiques (21) répartis à intervalles réguliers dans la plaque selon une spirale (25), dont l'origine est au centre de la plaque.

4 - Dispositif selon la revendication 2 ou 3, caractérisé en ce que l'échantillon (8) et la plaque ajourée (17) s'étendant parallèlement à celui-ci, sont disposés horizontalement, l'élément tubulaire (14) d'évacuation étant placé verticalement en regard.

5 5 - Dispositif selon les revendications 2 à 4, caractérisés en ce que la plaque ajourée (17) comporte, fixé sous cette plaque à l'opposé de sa face qui regarde l'échantillon, un conduit de refroidissement (24), parcouru par un débit d'un fluide à température appropriée, notamment de l'eau.

10 6 - Dispositif selon la revendication 5, caractérisé en ce que le conduit de refroidissement (24), est soudé sous la plaque et forme une spirale (26) de même profil que celle (25) selon laquelle sont répartis les trous (21) ménagés dans la plaque (17); les deux spirales étant parallèles l'une à l'autre.

15 7 - Dispositif selon l'une des quelconques revendications 2 à 6, caractérisé en ce que la plaque ajourée (17) comporte une collierette tubulaire latérale (16) en retour vertical vers le bas, coiffant l'extrémité de l'élément tubulaire (14) et montée télescopiquement sur celui-ci, avec interposition de moyens maintenant l'étanchéité de l'enceinte.

20 8 - Echantillon recevant un dépôt métallique, selon le procédé de la revendication 1, notamment au moyen d'un dispositif selon l'une quelconque des revendications 2 à 7, dans lequel le métal est par exemple, du tungstène.

1/1

FIG. 1

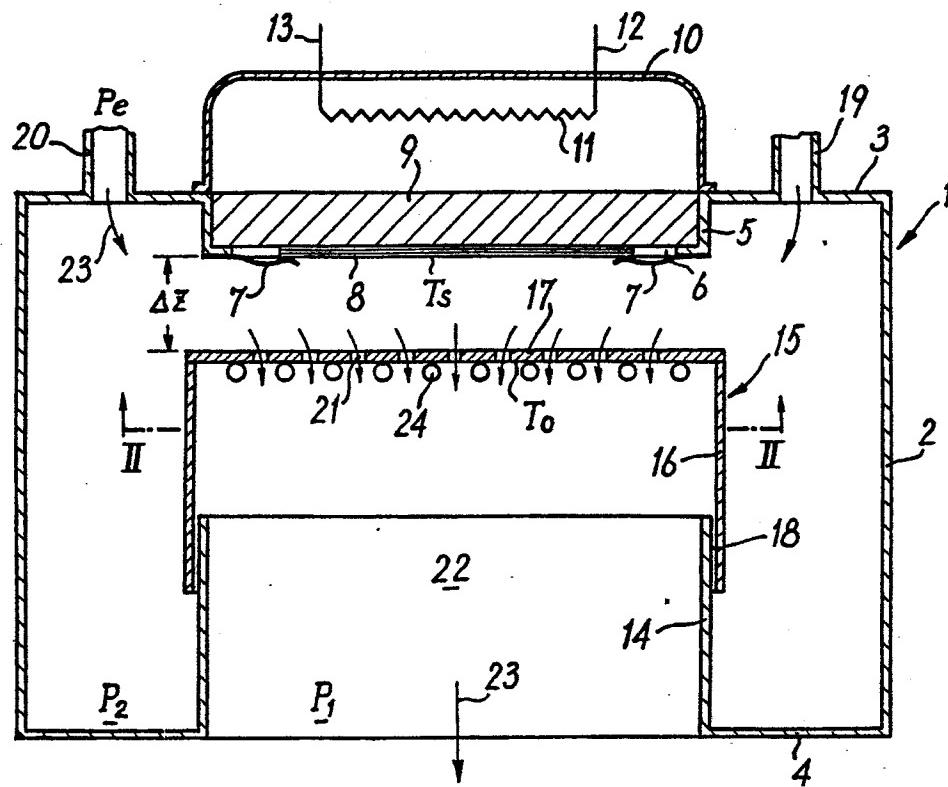


FIG. 2

